Verfahren zur Impraegnierung von Aktivkohle mit Schwermetallsalzen

Patent number:

DE1087579

Publication date:

1960-08-25

Inventor:

Applicant:

DRAEGERWERK AG

Classification:

- international:

- european:

C01B31/12B

Application number:

DE1958D028670 19580801

Priority number(s):

DE1958D028670 19580801

Abstract not available for DE1087579

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

German Patent 1,087,579

Verhfahren zur Impr"agnierung von Aktivkohle mit Schwermetallsalzen

Patentanspruche:

- 1. Verfahren zur Imprägnierung von Aktivkohlen für Gasschutzzwecke durch Tränken mit einer ammoniumcarbonathaltigen ammoniakalischen wässrigen Lösung von basischem Kupfercarbonat, Kaliumbichromat und Silbernitrat und nachfolgende Trocknung, dadurch gekennzeichnet, dass die Imprägnierlösung nicht mehr als 6,6% Ammoniumcarbonat und 10,6% Schwermetallsalze enthält und unter Zwischentrocknung der Kohle zweimal oder mehrere Male angewandt wird.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Ammoniak und Ammoniumsalze aus der getrockneten Kohle mit Hilfe von heisser, wasserdampfhaltiger Luft entfernt werden.

Translated, these are:

Title: Procedure for the impregnation of activated charcoal with heavy metal salts Patent claim:

- 1. Procedure for impregnation of activated carbon for gas filtration by soaking with an ammoniacal soluction of ammonium carbonate, potassium dichromate and aqueous solution of basic copper carbonate, potassium chromate and silver nitrate and followed by a drying process. In this emobodiment, the impregnating solution contains no more than 6.6% ammonium carbonate and 10.6% heavy metal salts with intermediate drying. The solution can be re-used once or twice.
- 2. Procedure according to requirement 1, ammonia and ammonium salts can be removed from the dried carbon by means of steam-laden air.

AUSLEGESCHRIFT 1087579

D 28670 IVa/12i

ANMELDETAG:

1. A U G U S T 1958

BEKANNTMACHUNG DER ANMBLDUNG UND AUSGABE DER

AUSLEGESCHRIFT: 25. AUGUST 1960

Zur Steigerung der Wirkung von Aktivkohle, besonders solcher, die in Atemfiltereinsätzen gebraucht wird, ist es bekannt, die Aktivkohle mit Schwermetallsalzen zu imprägnieren. Dabei ist es auch bekannt, die Kohle mit Kupferchromat und Silbernitrat zu imprägnieren. Durch eine solche Imprägnierung wird insbesondere die Wirksamkeit dieser Kohlen gegenüber Blausäure und Chlorcyan gesteigert.

Es ist weiter bekannt, daß man die Imprägnierung in der Weise durchführt, daß man die trockene Aktiv- 10 kohle mit einer solchen Menge der Metallsalzlösung befeuchtet, daß die Kohle gerade in der Lage ist, die gesamte Flüssigkeitsmenge aufzunehmen. Bei diesem Verfahren wird erstrebt, die Konzentration der Salzlösung so hoch zu wählen, daß in dem von der Kohle 15 aufgenommenen Flüssigkeitsvolumen möglichst viele Metallsalze untergebracht sind. Möglichst hoch konzentrierte Lösungen werden erreicht, wenn in der Lösung größere Mengen von Ammoniumcarbonat enthalten sind. So ist ein Verfahren bekannt, bei dem 20 Ammoniak, Kohlensäure und Luft durch eine Wassersäule und Kupferstücke während einer mehr oder weniger längeren Zeit geleitet werden, wobei eine Lösung gebildet wird, die 7 bis 9 Gewichtsprozent bis 6 Gewichtsprozent Kohlensäure enthält. Die Kohle wird mit dieser Lösung befeuchtet bzw. gesättigt und anschließend getrocknet, um überschüssiges Lösungsmittel zu entfernen. Die imprägnierte Kohle wird dann erhitzt, um sie zu trocknen und die Kohlensäure 30 und das Ammoniak aus der Kohle zu entfernen. Dabei sollen die Absorptionseigenschaften der Kohle verbessert werden, indem man den Ammoniak- und Kohlensäuregehalt der Imprägnierlösung erhöht, indem diese entweder in der angegebenen Weise her- 35 gestellt wird oder indem eine wäßrige Lösung aus den Salzen selbst, wie basischem Kupfercarbonat und Ammoniumcarbonat, unter Zufügung von Ammoniak hergestellt wird.

Diese bekannten Verfahren haben den erheblichen 40 Nachteil, daß zur Herstellung einer möglichst konzentrierten Lösung erhebliche Ammoniak- und Kohlensäuremengen angewandt werden müssen, deren Austreibung aus der impragnierten Kohle andererseits wiederum Schwierigkeiten bereitet.

Eine gut imprägnierte Kohle dieser Art enthält 6,92% Cu, 1,06% Cr und 0,22% Ag.

Um diese Metallmengen in der Lösung unterbringen zu können, werden auf je 100 g Kupfer etwa 410 g Ammoniumcarbonat gebraucht.

Die Erfindung hat sich die Aufgabe gestellt, die Aktivkohle so zu imprägnieren, daß die Nachteile der bekannten Verfahren weitgehend vermieden werden und nach Möglichkeit auch eine Steigerung der che-

Verfahren zur Imprägnierung von Aktivkohle mit Schwermetallsalzen

Anmelder:

Drägerwerk, Heinr. & Bernh. Dräger, Lübeck, Moislinger Allee 53

mischen Leistung erreicht wird. Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Imprägnierung von Aktivkohlen für Gasschutzzwecke durch Tränken mit einer ammoniumcarbonathaltigen ammoniakalischen wäßrigen Lösung von basischem Kupfercarbonat, Kaliumbichromat und Silbernitrat und nachfolgende Trocknung. Die Erfindung besteht darin, daß die Imprägnierlösung nicht mehr als 6.6% Ammonium carbonat und 10,6% Schwermetallsalze enthält und unter Zwischentrock-Kupfer, 10 bis 12 Gewichtsprozent Ammoniak und 5 25 nung der Kohle zweimal oder mehrere Male angewandt wird. Gemäß der Erfindung wird die ihr zugrunde liegende Aufgabe dadurch gelöst, daß die Imprägnierung in mehreren, vorzugsweise jedoch in zwei Stufen vorgenommen wird. Dabei kann die Kohle jeweils mit der Hälfte der für die Gesamtimprägnierung vorgesehenen Metallsalzmengen imprägniert werden. Da für jede einzelne Imprägnierung die Flüssigkeitsmenge zur Verfügung steht, die die Kohle ganz durchfeuchtet, ist es möglich, die Metallsalze in geringerer Konzentration anzuwenden, wobei die Konzentration mit der Anzahl der Imprägnierungen gesenkt werden kann. Bei der doppelten Imprägnierung kann die Konzentration etwa die Hälfte der bisher bekannten betragen. Dies hat zur Folge, daß zur Herstellung der Lösungen nur eine erheblich geringere Menge von Ammoniumcarbonat notwendig ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren sei an Hand eines Beispiels erläutert:

100 kg trockene, wasserdampfaktivierte Aktivkohle von 1 bis 2 mm Korngröße werden mit der folgenden Lösung durchfeuchtet:

6 kg basisches Kupfercarbonat,

5 kg Ammoniumcarbonat,

101 Ammoniak (25%ig),

Wasser, 25 1

3 kg Kaliumbichromat, 341 Wasser,

0,170 kg Silbernitrat,

0,51 Wasser.

009 588/382

Die Kohle nimmt diese Flüssigkeit vollständig auf. Die gleichmäßig durchfeuchtete Kohle wird in einem luftdurchströmten Röhrenofen bei 100°C getrocknet, bis ihr Wassergehalt unter 1% liegt. Die so vorimprägnierte Kohle wird dann ein zweites Mal mit der gleichen Lösung durchfeuchtet. Die Kohle nimmt dabei nochmals Lösung auf, deren Menge der bei der ersten Imprägnation aufgenommenen Menge entspricht. Die Kohle wird dann in einem Röhrenofen zunächst bei 100° C vorgetrocknet, anschließend wird die Tempe- 10 hin ist es auch möglich, die Imprägnierung und das ratur langsam bis auf maximal 150° C gesteigert, wobei der den Ofen durchstreichenden Luft Wasserdampf in einer Menge von etwa 200° Wasser auf je 1 m3 Luft hinzugefügt wird. Durch diesen Wasserdampfzusatz wird die Entfernung des Ammoniums und der 15 Ammoniumsalze aus der Kohle erheblich beschleunigt. Man läßt die Kohle im Ofen erkalten, wobei man aufhört, Wasserdampf zuzusetzen, wenn die Temperatur unter 100° C gesunken ist.

Aus diesem Beispiel ergibt sich, daß etwa 290 g 20 Ammoniumcarbonat notwendig sind, um 100 g Metall in Lösung zu halten. Bei dem bisherigen Verfahren brauchte man für dieselbe Metallmenge etwa 410 g Ammonium carbonat.

Mit dem bekannten Verfahren und dem beschrie- 25 benen Verfahren wurde die gleiche Sorte Aktivkohle imprägniert. Das Zurückhaltevermögen für Chlorcyan betrug bei der nach dem alten Verfahren imprägnierten Kohle 2,52 g Chlorcyan auf 100 g imprägnierte Kohle, bei der nach dem neuen Verfahren 30 imprägnierten Kohle 3,46 g Chlorcyan, wobei die

Prüfungen jeweils unter gleichen Bedingungen durchgeführt wurden. Daraus ergibt sich, daß mit dem erfindungsgemäßen Verfahren Imprägnierungen erhalten werden können, die bei der gleichen Aktivkohle deren 5 Zurückhaltevermögen gegenüber Chlorcyan im Vergleich mit den mit den bekannten Imprägnierungen behandelten Kohlen um etwa 30% steigern.

Es ist möglich, die Metallsalze der Imprägnierung in noch stärkerer Verdünnung anzuwenden. Weiteranschließende Trocknen häufiger zu wiederholen.

PATENTANSPROCHE:

 Verfahren zur Imprägnierung von Aktivkohlen für Gasschutzzwecke durch Tränken mit einer ammoniumcarbonathaltigen ammoniakalischen wäßrigen Lösung von basischem Kupfercarbonat, Kaliumbichromat und Silbernitrat und nachfolgende Trocknung, dadurch gekennzeichnet, daß die Imprägnierlösung nicht mehr als 6,6% Ammoniumcarbonat und 10,6% Schwermetallsalze enthält und unter Zwischentrocknung der Kohle zweimal oder mehrere Male angewandt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Ammoniak und Ammoniumsalze aus der getrockneten Kohle mit Hilfe von heißer, wasserdampfhaltiger Luft entfernt werden.

In Betracht gezogene Druckschriften: USA.-Patentschrift Nr. 2511 288.